

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-272257

(43)Date of publication of application : 21.10.1997

(51)Int.Cl.

B41M 5/00  
D21H 19/38

(21)Application number : 08-110373

(71)Applicant : NICHIBAN CO LTD

(22)Date of filing : 05.04.1996

(72)Inventor : MAKI TADAO

YOSHIDA TATSUYA

ITO GIICHI

NAKAMURA KAZUYUKI

MIZUNO KOJI

TATENO HIDEO

## (54) SHEET FOR INK-JET RECORDING

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a sheet for ink-jet recording in which printability such as ink acceptability, drying properties, fixation properties and reproducibility of a dot is excellent and also film strength and water resistance of an ink acceptance layer are excellent and clarity of the ink acceptance layer is remarkably improved.

SOLUTION: An ink acceptance layer is formed at least on one side of a base material sheet. The ink acceptance layer contains (a) aluminum oxide fine particles having  $\gamma$  type crystal form of  $\leq 200\text{nm}$  average particle diameter and (b) noncrystalline silica fine particle which are bonded by a binder consisting of water-soluble cellulose ether etherified by a methoxyl group and a hydroxylpropyl group.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 26.12.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]	3537064
[Date of registration]	26.03.2004
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]	
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]	
[Date of extinction of right]	

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-272257

(43) 公開日 平成9年(1997)10月21日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
B 4 1 M 5/00			B 4 1 M 5/00	B
D 2 1 H 19/38			D 2 1 H 1/22	B

審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願平8-110373	(71) 出願人	000004020 ニデバン株式会社 東京都文京区関口二丁目3番3号
(22) 出願日	平成8年(1996)4月5日	(72) 発明者	牧 忠雄 東京都文京区関口二丁目3番3号 ニデバン株式会社内
		(72) 発明者	吉田 達哉 東京都文京区関口二丁目3番3号 ニデバン株式会社内
		(72) 発明者	伊藤 義一 東京都文京区関口二丁目3番3号 ニデバン株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 西川 繁明

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクジェット記録用シート

(57) 【要約】

【課題】 インク受容性、乾燥性、定着性、ドットの再現性等の印字性に優れると共に、インク受容層の剥離強度及び耐水性に優れ、しかもインク受容層の透明性が顕著に改善されたインクジェット記録用シートを提供すること。

【解決手段】 基材シートの少なくとも片面に、メトキシシル基及びヒドロキシシルプロポキシシル基にてエーテル化された水溶性セルロースエーテルからなるバインダーにより結合された (a) 平均粒子径200nm以下のγ型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子及び (b) 非晶質シリカ微粒子を含有するインク受容層が形成されていることを特徴とするインクジェット記録用シート。

(2)

特開平9-272257

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基材シートの少なくとも片面に、メトキシシル基及びヒドロキシシロプロキシシル基にてエーテル化された水溶性セルロースエーテルからなるバインダーにより結合された（a）平均粒子径200nm以下のγ型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子及び（b）非晶質シリカ微粒子を含有するインク受容層が形成されていることを特徴とするインクジェット記録用シート。

【請求項2】 （b）非晶質シリカ微粒子が、平均粒子径20nm以下の1次粒子の2次凝集体を粉碎して得られた平均粒子径200nm以下のものである請求項1のインクジェット記録用シート。

【請求項3】 （a）γ型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子と（b）非晶質シリカ微粒子との含有割合が、（a）γ型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子が80～99重量％で、（b）非晶質シリカが1～20重量％である請求項1または2のインクジェット記録用シート。

【請求項4】 水溶性セルロースエーテルが、メトキシシル基19～30％及びヒドロキシシロプロキシシル基4～12％の割合でエーテル化され、ねじれ振動型粘度計にて測定した2％水溶液（20℃）の溶液粘度が2.000mPa・s以上のものである請求項1ないし3のいずれか1項に記載のインクジェット記録用シート。

【請求項5】 インク受容層が水溶性セルロースエーテルの水酸基と反応性を有する架橋剤により架橋されている請求項1ないし4のいずれか1項に記載のインクジェット記録用シート。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、インクジェット記録用シートに関し、さらに詳しくは、基材シートの少なくとも片面に、インクジェットプリンターによる記録が可能なインク受容層（受容層）が形成されたインクジェット記録用シートに関する。

## 【0002】

【従来の技術】インクジェット記録は、インクをノズルから噴出して微小な液滴をつくり、これを電気入力信号に応じた画素として紙などの基材に付着させて、文字、図形、画像パターンなどを形成する記録方式であり、低雑音、高解像度、高速記録などの特徴を有している。インクジェット記録用のインクジェットプリンターは、印字に必要な部品として、プリンターヘッドとインクカートリッジを備えているだけでよく、インクを定着させるための加熱ローラや感光体ドラムなどを必要としない。インクジェットプリンターは、小型で低価格であることに加えて、ヘッドの増設だけでカラー印字も簡単に打ち出すことが可能である。インクジェット記録は、このような優れた特徴を有するため、パーソナルコンピュータやワードプロセッサなどの印字に使用されているが、最近では、複写機、ファクシミリ、プロッターなどの各

2

複出力機器への応用も図られている。また、インクジェット記録における記録媒体としては、紙だけではなく、布、ガラス、プラスチックなども検討されている。

【0003】近年、インクジェット記録方式の適用分野のひとつとして、オーバーヘッドプロジェクター（OHP）用の原紙が注目されている。すなわち、インクジェット記録は、鮮明な輪郭を得ることができ、カラー印字（多色化）も容易であることから、透明な合成樹脂シートに適用して、OHP用原紙として使用することが期待されている。OHPは、各種の会議や学会、講演、説明会、商品の宣伝等に利用されているが、これには、透明な合成樹脂シートへの記録が必要である。ところが、OHPの原紙用として使用されているポリエステルシートなどは、インクジェット記録用のインクを受容し難いという問題点がある。

【0004】インクジェットプリンターでは、ジェットノズル部でのインクの乾燥によりインクの粘度が上昇して噴出不良となるのを防ぐために、乾燥し難いインクが用いられている。インクジェット用インクは、一般に、水溶性の染料、バインダー、添加剤等を水に溶解したものからなるため、疎水性の合成樹脂シート上では、インクの乾燥や定着が不良となる。インクジェットプリンターで印字を行うには、記録用シートとして、インクの水分を急速に吸収して乾燥固化させる機能を有するものを使用することが必要である。そこで、従来より、OHPの分野では、透明な合成樹脂シートの表面に、急速な吸水性を示すインク受容層を形成したものがインクジェット記録用シートとして使用されている。

【0005】インクジェット用インクに適したOHP用の記録用シートとしては、透明な合成樹脂シート上に、次のような特性を有するインク受容層が形成されていることが求められている。

①インクの実受容性、吸収乾燥性、定着性に優れていること、

②透明性が高いこと、

③積層状態で保存しても、各シート間でブロッキングを起こさないこと、

④画像の端部をシャープに表現できるインクドットの適度な広がりがあり、過度な滲みがないこと、

⑤インクの発色が鮮明で、変色しないこと、及び

⑥粘着性があつたり、指紋等の付着がないこと。

【0006】従来、これらの目的を達成するために、例えば、（1）透明性を有する支持体表面に、ポリビニルピロリドンを含むインク受容層を設けたインクジェット記録用シート（特開昭61-32788号公報）、（2）透明な支持体上に、ポリビニルアルコールやゼラチンなどの水溶性樹脂とコロイダルシリカからなる透明な層を設けた記録用シート（特開昭61-19389号公報）、（3）透明な支持体上に、平均粒径1～100μmの超微粒子と平均粒径1～20μmの微粒子を含有す

(3)

特開平9-272257

3

る水溶性高分子の薄膜を設けた記録シート（特開昭61-280983号公報）。（4）透明性フィルム上に、ガラスビーズ、あるいは架橋ポリスチレン、ポリスチレン、アクリル系樹脂などからなる粒径5～50 $\mu$ mのマイクロビーズを透明性接着剤または高吸水性ポリマーを含有させた透明性接着剤を用いて塗布したオーバーヘッドプロジェクタ用フィルム（特開昭61-24494号公報）などが提案されている。

【0007】しかしながら、ポリビニルピロリドンやポリビニルアルコールなどの水溶性高分子をインク受容層とする膨潤型の記録用シートは、インクの固着能力が不十分であるため、印字後の経時変化により画像のシャープさが低下するという欠点がある。また、膨潤型の記録用シートは、吸湿により粘着性をもち、ブロッキングするなど取扱性が低下する。水溶性高分子をバインダーとして、コロイダルシリカやアルミナなどの無機充填剤を高比率で混入し、ポーラスなインク受容層とした吸水型の記録用シートは、透明性が劣ったり、受容層が脆くて割れやすいという欠点がある。合成樹脂マイクロビーズを水溶性高分子からなるバインダーで結合固定してなるインク受容層は、インクの吸収性は良いものの、インクの定着性に劣り、滲みが多く、しかも受容層が脆くて割れやすいという欠点がある。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、基材シートの少なくとも片面にインク受容層が形成されたインクジェット記録用シートであって、インク受容性、乾燥性、定着性、ドットの再現性等の印字性に優れると共に、インク受容層の被膜強度及び耐水性に優れ、しかもインク受容層の透明性が顕著に改善されたインクジェット記録用シートを提供することにある。本発明者は、インク吸収型の無機微粒子をベースとしたインク受容層に関する研究の過程で、基材シートの少なくとも片面に、メトキシシル基及びヒドロキシシルプロポキシシル基にてエーテル化された水溶性セルロースエーテルからなるバインダーにより結合された平均粒子径200nm以下の $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子を含有するインク受容層を形成することにより、優れた諸特性を有するインクジェット記録用シートの得られることを見出し、先に特許出願を行った（特願平7-219890号）。その後、さらなる改良のための研究を行った結果、無機微粒子として、 $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子に加えて、非晶質シリカ微粒子を併用することにより、インク受容層の透明性がより一層高まることを見出すに至った。

【0009】非晶質シリカ微粒子としては、平均粒子径200nm以下の1次粒子の2次凝集体を粉碎して得られた平均粒子径200nm以下のものが好ましい。また、 $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子と非晶質シリカ微粒子は、これらの2次凝集体混合物を平均粒子径が2

4

00nm以下になるまで粉碎して得られた混合無機微粒子として使用することが好ましい。非晶質シリカ微粒子の添加により透明性が向上する原因は、必ずしも明確ではないが、水のような極性媒体中では $\gamma$ 型酸化アルミニウム微粒子はプラスに帯電し、非晶質シリカ微粒子はマイナスに帯電するため、両者が静電荷相互作用により引き合っており、粒子間の空隙が小さくなるためと推定される。本発明は、これらの知見に基づいて完成するに至ったものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、基材シートの少なくとも片面に、メトキシシル基及びヒドロキシシルプロポキシシル基にてエーテル化された水溶性セルロースエーテルからなるバインダーにより結合された（a）平均粒子径200nm以下の $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子及び（b）非晶質シリカ微粒子を含有するインク受容層が形成されていることを特徴とするインクジェット記録用シートが提供される。

【0011】本発明によれば、以下のような実施の態様が提供される。

1. （b）非晶質シリカ微粒子が、平均粒子径200nm以下の1次粒子の2次凝集体を粉碎して得られた平均粒子径200nm以下のものである前記のインクジェット記録用シート。
2. （a） $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子と（b）非晶質シリカ微粒子との含有割合が、（a） $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子が80～99重量%で、（b）非晶質シリカが1～20重量%である前記のインクジェット記録用シート。
3. （a） $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子と（b）非晶質シリカ微粒子とが、これらの2次凝集体混合物を平均粒子径が200nm以下になるまで粉碎して得られた混合無機微粒子である前記のインクジェット記録用シート。
4. （a） $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子と（b）非晶質シリカ微粒子とが、これらの2次凝集体混合物を水中に分散させ、超音波ホモジナイザーまたは高圧式ホモジナイザー等の粉碎手段によって、平均粒子径が200nm以下になるまで粉碎して得られた混合無機微粒子である前記のインクジェット記録用シート。
5. 水溶性セルロースエーテルが、メトキシシル基19～30%及びヒドロキシシルプロポキシシル基4～12%の割合でエーテル化され、ねじれ振動型粘度計にて測定した2%水溶液（20℃）の溶液粘度が2,000mPa・s以上のものである前記のインクジェット記録用シート。
6. インク受容層が水溶性セルロースエーテルの水酸基と反応性を有する架橋剤により架橋されている前記のインクジェット記録用シート。

【0012】

(4)

特開平9-272257

5

6

## 【発明の実施の形態】

## 基材シート

本発明で使用する基材シートとしては、透明性、耐熱性、寸法安定性、剛性などを備えた合成樹脂より形成されたものが好ましく、例えば、ポリエステル（ポリエチレンテレフタレート）、セルローストリアセテート、ポリカーボネート、ポリ塩化ビニル、ポリスチレン、ポリプロピレン、ポリイミド等から形成されたシート（フィルムを含む）を挙げることができる。基材シートの厚みは、通常、50～250 $\mu$ m程度である。これらの中でも、厚さ75～180 $\mu$ mの延伸ポリエチレンテレフタレートフィルムが特に好ましい。基材シートは、通常、無色透明であることが好ましいが、着色透明であってもよく、また、OHP用に限らなければ、合成紙、コート紙などの紙基材、あるいは透明性の悪い着色または白色の合成樹脂シートを使用することもできる。所望により、ガラス板を基材シートとして使用することもできる。基材シートには、必要に応じて、接着性を向上させるために、プライマー層を設けたり、コロナ放電加工を行った後、その上に、インク受容層を形成してもよい。インク受容層は、通常、基材シートの片面に形成するが、所望により両面に形成してもよい。基材シートの両面にインク受容層を設けると、カール防止効果が得られる。なお、基材シートの片面にインク受容層を形成し、その反対面に、他の材質からなるカール防止層を設けてもよい。

## 【0013】酸化アルミニウム微粒子

本発明では、平均粒子径200nm以下の $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子をインク受容層の主要な成分として使用する。酸化アルミニウムには、種々の結晶形態が存在するが、熱力学的に安定な $\alpha$ 型と不安定な $\gamma$ 型の2つの結晶形態に大別することができる。本発明に使用するものは、 $\gamma$ 型結晶形態の微粒子である。 $\gamma$ 型は、結晶学的に分類すると、さらに $\gamma$ グループと $\delta$ グループに分けることができるが、 $\delta$ グループの結晶形態を有する微粒子の方が好ましい。 $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウムは、1次粒子の平均粒子径10nm程度にまで小さくすることが可能であるが、一般に、1次粒子は、2次凝集形態を形成して数千～数万nmにまで粒子径が大きくなる。このような大粒子径の酸化アルミニウム粒子を使用すると、インク受容層の印字性は良好であるものの、透明性に欠けるものとなる。

【0014】平均粒子径が200nm以下の酸化アルミニウム微粒子を得るには、通常、2次凝集形態にある $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム粒子をビーズミルや超音波ホモジナイザー、高圧式ホモジナイザー等の粉碎手段によって、平均粒子径が200nm以下、好ましくは150nm以下、より好ましくは80～120nm程度の超微粒子になるまで粉碎する。平均粒子径が200nmを越えると、インク受容層の透明性が低下する。粉碎手

段としては、超音波ホモジナイザーや高圧式ホモジナイザーを用いた粉碎方式が好ましく、ビーズミル等の他の粉碎方法では、 $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウムが硬い結晶であるために、粉碎容器からの混入物が入り込み易く、透明性の低下原因となる。 $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子は、インク吸水性、乾燥性、定着性などの印字性に優れており、これを超微粒子化することにより、高比率でインク受容層に含有させても、透明性に優れた記録用シートを得ることができる。

## 【0015】非晶質シリカ微粒子

本発明では、 $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子と共に、非晶質シリカ微粒子を併用する。非晶質シリカの粒子は、1次粒子径を20nm以下、さらに5～15nm程度にまで小さくすることが可能であるが、通常は、1次粒子は単独では存在せず、ふわふわとした網目構造を持った数 $\mu$ mの粒子径の凝集体である2次粒子（2次凝集体）を形成している。この2次凝集体は、BET法による比表面積が100～400m<sup>2</sup>/gの広い表面積を有している。本発明では、透明性の観点から非晶質シリカ微粒子を使用する。非晶質シリカ微粒子を得るには、2次凝集体粒子を平均粒子径が200nm以下、好ましくは150nm以下、より好ましくは80～120nm程度の超微粒子になるまで粉碎する。粉碎手段としては、超音波ホモジナイザーや高圧式ホモジナイザー等を用いた粉碎方法が好ましい。

【0016】非晶質シリカ粒子の2次凝集体の粉碎は、単独で行ってもよいが、非晶質シリカ粒子を単独で微粒子化した後、その粉碎液を $\gamma$ 型酸化アルミニウム粉碎液と混合すると、両者の混ざりが悪く、安定して良好な結果を得ることが困難である。そこで、 $\gamma$ 型酸化アルミニウム粒子の2次凝集体と非晶質シリカ粒子の2次凝集体をイオン交換水に分散し、これらの2次凝集体混合物を超音波ホモジナイザーまたは高圧式ホモジナイザー等の粉碎手段によって、両者の平均粒子径が200nm以下、好ましくは150nm以下、より好ましくは80～120nmになるまで粉碎することが好ましい。

【0017】これらの無機微粒子の平均粒子径は、細かい径透明性が向上する傾向を示し、高い透明性を得るには、平均粒子径80～120nmまで粉碎することが好ましい。非晶質シリカ微粒子の量に比例して透明性は向上するが、分散液の溶液粘度が急上昇するため、塗工性が低下する。そこで、透明性向上効果と塗工性を勘案すると、 $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子と非晶質シリカ微粒子との混合割合は、 $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子の割合を好ましくは80～99重量%、より好ましくは85～95重量%とし、非晶質シリカ微粒子の割合を好ましくは1～20重量%、より好ましくは5～15重量%の範囲とすることが望ましい。

【0018】非晶質シリカ微粒子の添加により透明性が向上する原因は、両者の静電荷相互作用により引き合っ

(5)

特開平9-272257

7

て、インク受容層の空隙が小さくなるためと推定される。酸化アルミニウム微粒子に非晶質シリカ微粒子を混合・粉碎して得られた超微粒子を、水溶性セルロースエーテルバインダーにて固着したインク受容層は、インク吸収性、インク乾燥性、定着性等の印字性が優れており、親水性である非晶質シリカ微粒子の添加により、透明性がより向上する傾向を示す。親水性非晶質シリカ微粒子の1次粒子の平均粒子径は、小さい程、透明性は向上する傾向を示し、好ましくは20nm以下、より好ましくは5~15nmである。したがって、透明性の観点から、1次粒子の平均粒子径が20nm以下の非晶質シリカ粒子の2次凝集体を粉碎して得られた平均粒子径200nm以下の非晶質シリカ微粒子が特に好ましい。

#### 【0019】水溶性セルロースエーテル

微粉碎したγ型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子と非晶質シリカ微粒子との混合物をインク受容層とするには、造膜性の良好なバインダーを選択することが重要である。従来より一般にバインダーとして使用されているポリアクリル酸ソーダ、ポリビニルピロリドン、デンプンやその誘導体等を用いた場合には、造膜性が悪く、割れが発生したり、透明性が大幅に低下して、目的とする透明性の良いインク受容層を得ることができない。本発明では、水溶性セルロースエーテルの中の特定のグレードのものを使用することにより、造膜性が良く、透明性及び印字性の良いインク受容層を形成している。

【0020】すなわち、本発明では、バインダーとして、メトキシシル基及びヒドロキシシロポキシシル基にてエーテル化された水溶性セルロースエーテルを使用する。水溶性セルロースエーテルには、エーテル置換基の種類と置換比率、及び分子量に相関する粘度グレードなどの異なる多くの種類があるが、平均粒子径200nm以下のγ型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子と非晶質シリカ微粒子との混合物のバインダーとしては、メトキシシル基及びヒドロキシシロポキシシル基にてエーテル化された水溶性セルロースエーテルが優れた特性を示す。

【0021】メトキシシル基の割合は、通常、15~35%、好ましくは19~30%で、ヒドロキシシロポキシシル基の割合は、通常、2~20%、好ましくは4~12%である。本発明で使用する水溶性セルロースエーテルは、2重量%水溶液の溶液粘度(20℃)が2.000mPa・s以上の比較的高分子量のものであることが、造膜性の観点から特に好ましい。水溶性セルロースエーテルであっても、他の置換基にてエーテル化されているものは、造膜性が悪く、良好なインク受容層を形成することができない。

#### 【0022】インク受容層

本発明のインク受容層は、γ型結晶形態の酸化アルミニウム微粒子と非晶質シリカ微粒子とを含む混合無機微粒子を、メトキシシル基及びヒドロキシシロポキシシル基にてエーテル化された水溶性セルロースエーテルからなる

8

バインダーにより、基材シートに固着したものである。γ型結晶形態の酸化アルミニウムと非晶質シリカとの混合無機微粒子に対する水溶性セルロースエーテルの配合割合は、混合無機微粒子85~97重量%で水溶性セルロースエーテルが3~15重量%の範囲が好ましい。水溶性セルロースエーテルの割合が大きすぎると印字性の低下を招き、小さすぎると被膜強度が弱くなるため、いずれも好ましくない。本発明の目的を損なわない範囲において、前記特定の水溶性セルロースエーテルと共に、汎用のバインダーを少量の割合で併用してもよい。

【0023】本発明のγ型結晶形態の酸化アルミニウムと親水性の非晶質シリカとの混合無機微粒子と水溶性セルロースエーテルを用いたインク受容層は、ポリビニルアルコールやポリビニルピロリドン等の水溶性高分子を主成分としたインク受容層と比較すると、耐水性に優れているが、水溶性セルロースエーテルの残存水酸基と反応可能な架橋剤を添加することにより、耐水性をさらに向上させることができる。架橋剤としては、例えば、メラミン・ホルムアルデヒド樹脂、ポリアミド樹脂、エポキシ樹脂、ジアルデヒド樹脂等を挙げることができる。架橋剤の使用割合は、架橋剤の種類や所望の架橋の度合等によって適宜定めることができるが、水溶性セルロースエーテル100重量部に対して、通常、1~20重量部、好ましくは5~15重量部である。また、この架橋系に、5重量%以下の割合で高ケン化度(95%以上)のポリビニルアルコールを併用すると、耐水性の向上効果がより顕著になる。ただし、ポリビニルアルコールの添加量が増えると、透明性がやや低下する傾向がみられるので、高度の透明性が必要な用途においては、必要最小限の添加量に止めることが好ましい。

【0024】インク受容層を形成するには、各成分を分散ないしは溶解させた水性分散液を調製し、これを基材シートの少なくとも片面に塗工する。水性分散液(塗布液)の好ましい調製手段としては、先ず、γ型結晶形態の酸化アルミニウムと親水性非晶質シリカとの混合粒子(2次凝集体)の水性分散液を調製し、この液を超音波ホモジナイザーや高圧式ホモジナイザー等にて粉碎・維持処理を行って、平均粒子径が200nm以下の無機微粒子とし、次いで、この分散液に水溶性セルロースエーテル、及び必要に応じてその他の成分を添加し、さらに必要があれば、水を添加して固形分濃度を調整する。

【0025】基材シートの表面にインク受容層を塗工する手段としては、ロールコーター、エアナイフコーター、ブレードコーター、ロッドコーター、バーコーター、コンマコーター等を用いて塗布液を塗工し、熱風にて乾燥する方法が採用できる。インク受容層の乾燥後の厚さは、通常、5~50μm、好ましくは10~30μmである。インク受容層の厚さが薄すぎると、インク吸収能力が不足となり、印字性が低下し、逆に、厚すぎると、被膜割れや透明性低下を招くおそれがあり、コスト

(6)

特開平9-272257

9

10

アップの要因にもなるため、いずれも好ましくない。

【0026】

【実施例】以下、実施例及び比較例を挙げて本発明についてより具体的に説明する。

【0027】【実施例1】 $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム粉末であるアエロジル $Al_2O_3 \cdot C$ 【日本アエロジル（株）製】540g及び非晶質シリカ粉末であるアエロジル380【日本アエロジル（株）製】60gを、分散安定剤として酢酸12gを溶解したイオン交換水2400gに一方攪拌機にて攪拌して分散し、濃度20重量%10

\*%の分散液を調製した。この液を高圧式ホモジナイザーであるゴーリンホモジナイザー15MR-8TA型【同業商事（株）製】にて、700kg/cm<sup>2</sup>の圧力で3回粉砕して乳白色のスラリー状の粘稠状分散液を得た。この分散液中に分散している無機微粒子の平均粒子径は、90nmであった。この平均粒子径は、レーザー回折/散乱式粒度分布測定装置LA-910【堀場製作所（株）製】にて測定した。

【0028】インク受容層の塗布液の配合は、下記の通りである。

<塗布液の配合処方A>

①粉砕した無機微粒子（平均粒子径：90nm）・・・92g（固形分）

アエロジル $Al_2O_3 \cdot C$ （ $\gamma$ 型酸化アルミニウム微粒子）・・・90重量%

アエロジル380（非晶質シリカ微粒子、1次粒径：約7nm）10重量%

②水溶性セルロースエーテル・・・8g（固形分）

メトローズ60SH-10000【信越化学工業（株）製】：メトキシル基28～30%、ヒドロキシプロポキシル基7～12%、粘度8～12Pa・s（2%水溶液、20℃）

③メラミン・ホルムアルデヒド樹脂（架橋剤）・・・0.5g（固形分）

Sumirez Resin 613【住友化学工業（株）製】

④イオン交換水・・・固形分濃度10重量%に調整、溶液粘度：

3.4Pa・s（30℃）

100 $\mu$ m厚さの透明ポリエステルフィルム【東洋紡エステルフィルムA-4100、東洋紡績（株）製】の片面に、配合処方Aの塗布液を乾燥後の塗布厚さが25 $\mu$ mになるようにコンマコーターにて塗布して、110℃で3分間の条件で乾燥してインク受容層が形成されたインクジェット記録用シートを得た。この記録用シートは、透明性が良く、被膜強度も強いものであった。インクジェットプリンターMJ700V2C【セーコー・エプソン（株）製】にて印字試験を行った結果、インク受容性、乾燥性、定着性が良好でドット再現性に優れ、滲みもなかった。また、この記録用シートは、耐水性が良好で、かつ、経目によっても画像のシャープさは変化しなかった。

【0029】【実施例2】 $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム粉末であるアエロジル $Al_2O_3 \cdot C$ 【日本アエロジ

※ル（株）製】510g及び非晶質シリカ粉末であるアエロジル380【日本アエロジル（株）製】90gを、分散安定剤として酢酸12gを溶解したイオン交換水2400gに一方攪拌機にて攪拌して分散し、濃度20重量%の分散液を調製した。この液を高圧式ホモジナイザーであるゴーリンホモジナイザー15MR-8TA型【同業商事（株）製】にて、700kg/cm<sup>2</sup>の圧力で3回粉砕して乳白色のスラリー状の粘稠状分散液を得た。この分散液中に分散している無機微粒子の平均粒子径は、92nmであった。平均粒子径は、レーザー回折/散乱式粒度分布測定装置LA-910【堀場製作所（株）製】にて測定した。

【0030】インク受容層の塗布液の配合は、下記の通りである。

<塗布液の配合処方B>

①粉砕した無機微粒子（平均粒子径：92nm）・・・92g（固形分）

アエロジル $Al_2O_3 \cdot C$ （ $\gamma$ 型酸化アルミニウム微粒子）・・・85重量%

アエロジル380（非晶質シリカ微粒子、1次粒径：約7nm）15重量%

②水溶性セルロースエーテル・・・8g（固形分）

メトローズ60SH-10000【信越化学工業（株）製】：メトキシル基28～30%、ヒドロキシプロポキシル基7～12%、粘度8～12Pa・s（2%水溶液、20℃）

③メラミン・ホルムアルデヒド樹脂（架橋剤）・・・0.5g（固形分）

Sumirez Resin 613【住友化学工業（株）製】

④イオン交換水・・・固形分濃度8重量%に調整、溶液粘度：

5.2Pa・s（30℃）

アエロジル380（非晶質シリカ微粒子）量を15重量%50%に増やし、溶液粘度調整のため、イオン交換水量を増





(8)

特開平9-272257

13

14

【0035】〔比較例2〕 $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム粉末であるアエロシルAL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・C〔日本アエロシル（株）製〕540g及びコロイダルシリカ微粒子であるスノーテックスO〔日産化学（株）製〕60gを、分散安定剤として酢酸12gを溶解したイオン交換水2400gに一方攪拌機にて攪拌して分散し、濃度20重量%の分散液を調製した。この液を高圧式ホモジナイザーであるゴーリンホモジナイザー15MR-8TA型〔同\*

栄商事（株）製〕にて、700kg/cm<sup>2</sup>圧力で3回粉砕して乳白色のスラリー状の粘稠状分散液を得た。この分散液中に分散している無機微粒子の平均粒子径は、90nmであった。平均粒子径は、レーザー回折/散乱式粒度分布測定装置LA-910〔堀場製作所（株）製〕にて測定した。

【0036】インク受容層の塗布液の配合は、下記の通りである。

<塗布液の配合処方E>

- ①粉砕した無機微粒子（平均粒子径：90nm）・・・92g（固形分）
- アエロシルAL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・C（ $\gamma$ 型酸化アルミニウム微粒子）・・・90重量%
- スノーテックスO（コロイダルシリカ、1次粒径：10～20nm）10重量%
- ②水溶性セルロースエーテル・・・・・・・・・・8g（固形分）
- メトローズ60SH-10000〔信越化学工業（株）製〕：メトキシル基28～30%、ヒドロキシプロポキシル基7～12%、粘度8～12Pa・s（2%水溶液、20℃）
- ③メラミン/ホルムアルデヒド樹脂（架橋剤）・・・・・・・・0.5g（固形分）
- Sumirez Resin 613〔住友化学工業（株）製〕
- ④イオン交換水・・・・・・・・・・固形分濃度10重量%に調整、溶液粘度：11.3Pa・s（30℃）

非晶質シリカ微粒子の代わりに、2次凝集体を形成していないコロイダルシリカ微粒子であるスノーテックスOを使用した以外は、実施例1と同様にして配合処方Eの塗布液を調製し、インクジェット記録用シートを作成した。この記録用シートは、透明性は良好であったが、滲みが多く、インク吸収性、乾燥性等の印字性が悪かった。

【0037】〔比較例3〕 $\gamma$ 型結晶形態の酸化アルミニウム粉末であるアエロシルAL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・C〔日本アエロシル（株）製〕600gを、分散安定剤として酢酸12gを溶解したイオン交換水2400gに一方攪拌機にて攪拌

※拌して分散し、濃度20重量%の分散液を調製した。この液を高圧式ホモジナイザーであるゴーリンホモジナイザー15MR-8TA型〔同栄商事（株）製〕にて、700kg/cm<sup>2</sup>圧力で3回粉砕して乳白色のスラリー状の粘り強い分散液を得た。この分散液中に分散している無機微粒子の平均粒子径は、89nmであった。平均粒子径は、レーザー回折/散乱式粒度分布測定装置LA-910〔堀場製作所（株）製〕にて測定した。

【0038】インク受容層の塗布液の配合は、下記の通りである。

<塗布液の配合処方F>

- ①粉砕した無機微粒子（平均粒子径：89nm）・・・100g（固形分）
- アエロシルAL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・C（ $\gamma$ 型酸化アルミニウム微粒子）
- ②水溶性セルロースエーテル・・・・・・・・・・8g（固形分）
- メトローズ60SH-10000〔信越化学工業（株）製〕：メトキシル基28～30%、ヒドロキシプロポキシル基7～12%、粘度8～12Pa・s（2%水溶液、20℃）
- ③メラミン/ホルムアルデヒド樹脂（架橋剤）・・・・・・・・0.5g（固形分）
- Sumirez Resin 613〔住友化学工業（株）製〕
- ④イオン交換水・・・・・・・・・・固形分濃度10重量%に調整、溶液粘度：11.3Pa・s（30℃）

非晶質シリカ微粒子を添加せず、アエロシルAL<sub>2</sub>O<sub>3</sub>・Cのみを無機微粒子として使用した以外は、実施例1と同様にして配合処方Fの塗布液を調製し、インクジェット記録用シートを作成した。この記録用シートは、印字性、被膜強度及び耐水性は良好であるが、非晶質シリカ

微粒子を添加した系よりやや透明性が劣るものであった。各物性の測定結果を表1に一括して示す。

【0039】

【表1】